

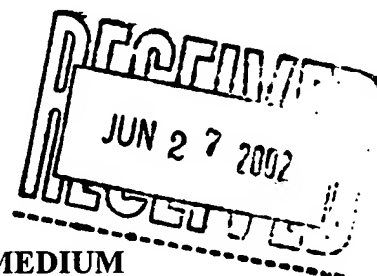
Docket No.
448564/0044
LR/MWS/GSP



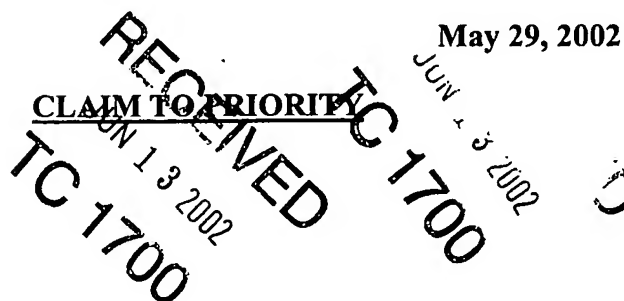
IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

#2
1773 BT
6-27-02

Applicants : Masaki Suzuki et al.
Application No. : 10/024,993
Filed : December 18, 2001
For : MAGNETIC RECORDING MEDIUM



Commissioner for Patents
Washington, DC 20231



Sir:

Enclosed herewith is a certified copy of the following patent application:

<u>Country</u>	<u>Application No.</u>	<u>Filing Date</u>
Japan	2000-383798	18 December 2000

Priority under the provisions of 35 U.S.C. §119 of this application is hereby claimed.

Respectfully submitted,

I hereby certify that this correspondence is being deposited with the United States Postal Service as first class mail in an envelope addressed to: Commissioner for Patents, Washington, D.C. 20231, on 5-29-2002 (Date of Deposit)

Florence Jones

Name of applicant, assignee, or
Registered Representative

Signature

5-29-2002

Date of Signature

for Lawrence Rosenthal # JL 941
Reg. No. 24,377
Attorney for Applicants
Stroock & Stroock & Lavan LLP
180 Maiden Lane
New York, New York 10038
(212) 806-5400

COPY OF PAPERS
ORIGINALLY FILED



本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

10/024,993

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年12月18日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-383798

[ST.10/C]:

[JP2000-383798]

出 願 人

Applicant(s):

富士写真フイルム株式会社

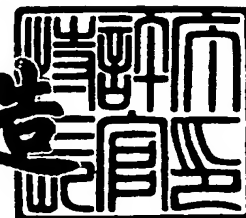
RECEIVED
JUN 13 2002
TC 1700

COPY OF PAPERS
ORIGINALLY FILED

2002年 1月25日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2002-3001482

【書類名】 特許願

【整理番号】 P-36078

【提出日】 平成12年12月18日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G11B 5/70
G11B 5/78

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県小田原市扇町2丁目12番1号 富士写真フイルム株式会社内

【氏名】 鈴木 雅樹

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県小田原市扇町2丁目12番1号 富士写真フイルム株式会社内

【氏名】 高野 博昭

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県小田原市扇町2丁目12番1号 富士写真フイルム株式会社内

【氏名】 國方 暢之介

【特許出願人】

【識別番号】 000005201

【氏名又は名称】 富士写真フイルム株式会社

【代理人】

【識別番号】 100105647

【弁理士】

【氏名又は名称】 小栗 昌平

【電話番号】 03-5561-3990

【選任した代理人】

【識別番号】 100105474

【弁理士】

【氏名又は名称】 本多 弘徳

【電話番号】 03-5561-3990

【選任した代理人】

【識別番号】 100108589

【弁理士】

【氏名又は名称】 市川 利光

【電話番号】 03-5561-3990

【選任した代理人】

【識別番号】 100115107

【弁理士】

【氏名又は名称】 高松 猛

【電話番号】 03-5561-3990

【選任した代理人】

【識別番号】 100090343

【弁理士】

【氏名又は名称】 栗宇 百合子

【電話番号】 03-5561-3990

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 092740

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0003489

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 磁気記録媒体

【特許請求の範囲】

【請求項1】 非磁性支持体上に、下層非磁性層を介して強磁性粉末を結合剤中に分散してなる磁性層を設けた磁気記録媒体において、前記磁性層の抗磁力が $2500 \sim 35000 \text{ e}$ ($197.5 \sim 276.5 \text{ kA/m}$)であり、長手方向の角型比が $0.7 \sim 0.85$ であることを特徴とする磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、非磁性支持体上に下層非磁性層を介して強磁性粉末を結合剤中に分散してなる磁性層を設けた磁気記録媒体に関し、特に優れたエラーレートと耐久性を有するデジタル記録再生に適した磁気記録媒体であって、またテープ用に特に適した磁気記録媒体に関する。

【0002】

【従来の技術】

強磁性粉末が結合剤（バインダ）中に分散された磁性層を非磁性支持体上に積層している磁気記録媒体は、録音用テープ、ビデオテープあるいはフロッピーディスクなどとして広く用いられている。そして、その電磁変換特性、走行耐久性および走行性能などの諸特性は高いレベルにあることが要求されている。例えば、音楽録音再生用のオーディオテープにおいては、より高度の原音再生能力が要求されている。また、ビデオテープについては、原画再生能力が優れているなど電磁変換特性が優れていることが要求されている。

【0003】

かかる要求に対応するよう優れた電磁変換特性を有するために、磁性層中の強磁性粉末は γ 酸化鉄からメタル磁性体へと改良が進められ、高Hc化、高 σ_s 化がなされている。特に、8mmビデオテープや放送分野における映像記録用ビデオテープのメタル化が進められている。また、最近では映像、音楽のデジタル記録再生化が進み、再生編集過程での原画、原音の再生劣化をなくし、原画・原音

を忠実に再現できるようになってきた。このデジタル化におけるテープ性能評価には、再生時のエラーレート（符号誤り率）が用いられ、特許第 2 8 2 9 9 7 2 号では、装置系のエラーレート、テープのエラーレートを分離して評価する方法も提案されている。そして、テープでのエラーレート向上には、表面平滑化、磁性層の高充填化、高 H c 化による出力向上、C N R の向上が検討されてきた。しかし、高密度化時には単に出力や C N R の向上だけではエラーレートが向上しなくなってきた。特に、 $0.5\mu\text{m}$ 以下のデジタル記録波長において顕著になってきた。エラーレートの向上に関し、特開平 11-175959 号に良好なエラーレートを得るための磁気記録媒体の提案がなされているが、その実施例に示されている内容ではスチル耐久性や記録周波数 7 M H z 以上の記録周波数では十分でなかった。また、特公平 3-45447 号ではテープの磁気特性および配向度を規定しているが、その実施例にある磁性層厚み範囲では十分な出力が得られなかった。

【 0 0 0 4 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記従来の状況に鑑み、周波数が 1 0 M H z 以上の記録再生装置において、良好なエラーレートと耐久性を有する磁気記録媒体を提供することを目的とする。

【 0 0 0 5 】

【課題を解決するための手段】

本発明は、上記目的を達成するために、次の磁気記録媒体を提供する。

(1) 非磁性支持体上に、下層非磁性層を介して強磁性粉末を結合剤中に分散してなる磁性層を設けた磁気記録媒体において、上記磁性層の抗磁力が $2500 \sim 3500 \text{ Oe}$ ($197.5 \sim 276.5 \text{ kA/m}$) であり、長手方向の角型比が $0.7 \sim 0.85$ であることを特徴とする磁気記録媒体。

(2) 上記強磁性粉末が F e を主体とし、C o を F e に対して $30 \sim 40 \text{ at\%}$ 、A l もしくは S i を F e に対して単独または合計で $2 \sim 20 \text{ at\%}$ 、Y もしくは N d を F e に対して単独または合計で $7 \sim 15 \text{ at\%}$ それぞれ含有し、比表面積が $60 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下であることを特徴とする上記 (1) に記載の磁気記録媒体。

(3) 磁性層の厚みが、 $0.05 \sim 0.3 \mu\text{m}$ である上記(1)または(2)のいずれかに記載の磁気記録媒体。

(4) 下層厚みが、 $0.8 \sim 2.0 \mu\text{m}$ である上記(1)～(3)のいずれかに記載の磁気記録媒体。

(5) B_m が 3800G 以下であり且つ前記下層および前記磁性層には T_g が 70°C 以上のポリウレタンを含む上記(1)～(4)のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【0006】

本発明は、本発明者らが、上記目的を達成すべく鋭意研究した結果、次のような知見を得、それらに基づいて完成されたものである。すなわち、エラーレートの低減は、出力の向上だけでは達成することができないこと、すなわち、テープ製造時に配向力を強め、高S/Q化を達成し、表面性を確保するためにカレンダー処理を行い、磁性層が高充填化され、 B_m が上昇し、それにより高出力記録媒体を得ることができたとしても、 20MHz を越える記録周波数においては、特開平5-28464号記載の波形応答性が悪化し、エラーレートが悪化されることが分かった。本発明者らは、このエラーレートの悪化現象を回避するために種々検討した結果、出力の確保とエラーレートの低減を両立させ得る最適な角型比があることを見出した。また、本発明の目的を達成する上で、磁性層の抗磁力 H_c を $2500 \sim 3500\text{Oe}$ ($197.5 \sim 276.5\text{kA/m}$) にすることが肝要であることを見出した。ここで、 H_c はテープ走行方向をいうが、 H_c が 2500Oe (197.5kA/m) 未満では短波長出力を確保することができず、 4000Oe (316kA/m) より大きいと記録に使用するヘッドが飽和してしまうので出力を確保できない。 H_c は、 $2500 \sim 3500\text{Oe}$ ($197.5 \sim 276.5\text{kA/m}$) が適切であり、さらに好ましくは $2700 \sim 3000\text{Oe}$ ($213.3 \sim 237\text{kA/m}$) である。要するに、本発明は、上記一定の磁性層の高 H_c 化と、磁性層の角型比を最適化することとを組み合わせることにより、高出力を確保しつつ、エラーレートを低減することを達成したものである。上記磁性層の角型比の最適化は、一定の下層厚みの最適化と相俟って、磁気記録媒体のスチール耐久性を向上させる効果があることも本発明者らは知見している

。この効果は、磁性層表面への潤滑剤の供給と磁性体粒子の長手方向の角度分布、磁性層の断面方向の角度分布が広くなり、ヘッドと磁性層表面との摺動抵抗が減少するためと考えられる。

【0007】

また、本発明者らは、磁性層の抗磁力を上記のように2500～3500Oe（197.5～276.5kA/m）とすることは、磁性層に含まれる磁性体粉末として、Feを主体とし、CoをFeに対して30～40at%、AlもしくはSiをFeに対して単独または合計で2～20at%、YもしくはNdをFeに対して単独または合計で7～15at%それぞれ含有する強磁性粉末を用いることにより好適に達成できることを知見した。また、該強磁性粉末の比表面積が60m²/g以下であれば、該強磁性粉末を用いた磁性塗料を塗布し、カレンダー等の工程を経て得られるテープ化後の磁性層表面を平滑に保つことができ、一層好適に高出力化することができることも知見している。

【0008】

上記Hcは、振動試料型磁束計（東英工業社製）を用い、Hm10kOe（790kA/m）で測定したものである。また、本発明における磁性層の角型比の最適値は、0.7～0.85であり、好ましくは0.75～0.80である。テープ走行方向に直角な二つの方向の角型比は走行方向の角型比の80%以下となることが好ましい。

【0009】

【発明の実施の形態】

本発明の好ましい実施態様を要約すれば以下の通りである。

- （a）磁気記録媒体の総厚みが、4.5～8.5μmであること。
- （b）磁気記録媒体に用いられる支持体が、ポリエチレンテレフタレート樹脂、ポリエチレンナフタレート樹脂、ポリアラミド樹脂もしくはポリウレタン樹脂であること。
- （c）非磁性層に含まれる非磁性粉末が、酸化チタン、α酸化鉄、硫酸バリウム、酸化亜鉛、アルミナの中から選ばれた一種以上であること。
- （d）磁性層に含まれる強磁性粉末が、Feを主体とし、Feに対して一定の

割合でC o、A lおよび／またはS i、ならびにYおよび／またはN dを含有し、比表面積が $60\text{ m}^2/\text{g}$ 以下である強磁性粉末であること。

(e) 磁気記録媒体における磁性層塗布液の結合剤含有量が、強磁性金属粉末100質量部に対して、8～24質量部であり、磁気記録媒体の磁性層に含まれる非磁性粉末の含有量が強磁性金属粉末100質量部に対して、3～15質量部であること。

(f) 磁気記録媒体は、下層非磁性層と少なくともそれに接する磁性層がウェットオンウェット塗布方式で形成されたものであること。

【0010】

上記実施態様が好ましい理由も含めて、以下本発明について詳細に説明する。

まず、本発明の磁気記録媒体の下層非磁性層について説明する。下層非磁性層は、一般に磁気記録媒体において設けることが行われているが、これは支持体と磁性層との接着力を向上させたり、磁性層に好ましい特性を付与する等のために設けられるものであって、厚さは $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以下が一般的である。

【0011】

本発明で下層非磁性層に用いられる非磁性粉末は、金属酸化物、金属炭酸塩、金属硫酸塩、金属窒化物、金属炭化物、金属硫化物等の無機質化合物から選択することができる。無機質化合物としては、例えば α 化率90%以上の α -アルミナ、 β -アルミナ、 γ -アルミナ、 θ -アルミナ、炭化ケイ素、酸化クロム、酸化セリウム、 α -酸化鉄、ゲータイト、コランダム、窒化珪素、チタンカーバイド、酸化チタン、二酸化珪素、酸化スズ、酸化マグネシウム、酸化タングステン、酸化ジルコニウム、窒化ホウ素、酸化亜鉛、炭酸カルシウム、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、二硫化モリブデンなどが単独または組合せて使用される。中でも好ましいのは、入手の容易さ、価格、および $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 以下で粒度分布がシャープな微粒子の粉末が得られることから上記した酸化チタン、 α 酸化鉄、硫酸バリウム、酸化亜鉛、アルミナであり、さらに好ましいのは二酸化チタン、 α 酸化鉄である。これら非磁性粉末の粒子サイズは、 $0.005\sim 2\text{ }\mu\text{m}$ が好ましいが、必要に応じて粒子サイズの異なる非磁性粉末を組み合わせたり、単独の非磁性

粉末でも粒径分布を広くして同様の効果をもたせることもできる。とりわけ好ましい非磁性粉末の粒子サイズは、 $0.01\mu\text{m}\sim 0.2\mu\text{m}$ 、特に好ましくは $0.02\sim 0.08\mu\text{m}$ である。非磁性粉末のタップ密度は、好ましくは $0.05\sim 2\text{g/ml}$ 、さらに好ましくは $0.2\sim 1.5\text{g/ml}$ である。非磁性粉末の含水率は、好ましくは $0.1\sim 5\%$ 、さらに好ましくは $0.2\sim 3\%$ 、なおさらに好ましくは $0.3\sim 1.5\%$ である。非磁性粉末のpHは、通常 $2\sim 11$ であるが、 $5\sim 10$ の間が好ましい。非磁性粉末の比表面積は、通常 $1\sim 100\text{m}^2/\text{g}$ 、好ましくは $5\sim 70\text{m}^2/\text{g}$ 、さらに好ましくは $10\sim 65\text{m}^2/\text{g}$ である。非磁性粉末の結晶子サイズは、 $0.004\sim 1\mu\text{m}$ が好ましく、 $0.075\sim 0.2\mu\text{m}$ がさらに好ましい。DBPを用いた吸油量は、通常 $5\sim 100\text{ml}/100\text{g}$ 、好ましくは $10\sim 80\text{ml}/100\text{g}$ 、さらに好ましくは $20\sim 60\text{ml}/100\text{g}$ である。比重は、通常 $1\sim 12$ 、好ましくは $3\sim 6$ である。形状は、針状、球状、多面体状、板状等のいずれの形状でも良い。

【0012】

非磁性粉末の強熱減量は、 20% 以下であることが好ましく、本来ないことが最も好ましいと考えられる。また、非磁性粉末のモース硬度は、 $4\sim 10$ が好ましい。非磁性粉末の粉体表面のラフネスファクターは、 $0.8\sim 1.5$ が好ましく、さらに好ましくは $0.9\sim 1.2$ である。非磁性粉末のSA（ステアリン酸）吸着量は、 $1\sim 20\mu\text{mol}/\text{m}^2$ 、さらに好ましくは $2\sim 15\mu\text{mol}/\text{m}^2$ である。非磁性粉体の 25°C での水への湿潤熱は、 $200\sim 600\text{erg}/\text{cm}^2$ の範囲にあることが好ましい。また、この湿潤熱の範囲にある溶媒を使用することができる。非磁性粉末の $100\sim 400^\circ\text{C}$ での表面の水分子の量は、 $1\sim 10$ 個/ 100\AA が適当である。水中での等電点のpHは、 $3\sim 6$ の間にあることが好ましい。

【0013】

上記非磁性粉体の表面には、 Al_2O_3 、 SiO_2 、 TiO_2 、 ZrO_2 、 SnO_2 、 Sb_2O_3 、 ZnO 等で表面処理することが好ましい。中でも、分散性に好ましいのは Al_2O_3 、 SiO_2 、 TiO_2 、 ZrO_2 、であり、さらに好ましいのは Al_2O_3 、 SiO_2 、 ZrO_2 である。これらは組み合わせて使用しても良いし、単独で用いることもできる。また、目的に応じて

共沈させた表面処理層を用いても良いし、例えば先ずアルミナで処理した後にその表層をシリカで処理する方法、またはその逆の方法を採ることもできる。また、表面処理層は目的に応じて多孔質層にしても構わないが、均質で密である方が一般には好ましい。

【 0 0 1 4 】

また、上記本発明で用いられる非磁性粉末の具体的な例としては、昭和電工社製ナノタイト、住友化学社製HIT-100, ZA-G1、戸田工業社製DPN-250、DPN-250BX、DPN-245、DPN-270BX、石原産業社製酸化チタンTT0-51B、TT0-55A、TT0-55B、TT0-55C、TT0-55S、TT0-55D、SN-100、 α -酸化鉄E270、E271、E300、チタン工業社製STT-4D、STT-30D、STT-30、STT-65C、テイカ社製MT-100S、MT-100T、MT-150W、MT-500B、MT-600B、MT-100F、MT-500HD。堺化学社製FINEX-25、BF-1、BF-10、BF-20、ST-M、同和鉱業社製DEFIC-Y、DEFIC-R、日本アエロジル社製AS2BM、TiO2P25、宇部興産社製100A、500A、チタン工業社製Y-LOP およびそれを焼成したもの等が挙げられる。

【 0 0 1 5 】

上記の各種非磁性粉末の中でも、特に好ましい非磁性粉末は二酸化チタン粉末と α -酸化鉄粉末であり、さらに特に好ましいのは α -酸化鉄（ヘマタイト）粉末である。 α -酸化鉄は、 γ -酸化鉄を合成する手法を参考にして合成することができ、以下のような諸条件の基で合成することができる。すなわち、本発明で用いる α -酸化鉄（ α -Fe₂O₃）粉末は、①第一鉄水溶液に同当量以上水酸化アルカリ水溶液を加えて得られる水酸化第一鉄コロイドを含む懸濁液をpH11以上にて80℃以下の温度で酸素含有ガスを通気して酸化反応を行うことにより針状ゲータイト粒子を生成させる方法、②第一鉄水溶液と炭酸アルカリ水溶液とを反応させて得られるFeCO₃を含む懸濁液に酸素含有ガスを通気して酸化反応を行うことにより紡錘状を呈したゲータイト粒子を生成させる方法、③第一鉄塩水溶液に同当量未満の水酸化アルカリ水溶液または炭酸アルカリ水溶液を添加して得られる水酸化第一鉄コロイドを含む第一鉄塩水溶液に酸素含有ガスを通気して酸化反応を行うことにより、針状ゲータイト核粒子を生成させ、次いで、該針状ゲータイト核粒子を含む第一鉄塩水溶液に、該第一鉄塩水溶液中のFe²⁺

に対し同当量以上の水酸化アルカリ水溶液を添加した後、酸素含有ガスを通気して上記針状ゲータイト核粒子を成長させる方法、④第一鉄水溶液と同当量未満の水酸化アルカリまたは炭酸アルカリ水溶液を添加して得られる水酸化第一鉄コロイドを含む第一鉄塩水溶液に酸素含有ガスを通気して酸化反応を行うことにより針状ゲータイト核粒子を生成させ、次いで、酸性ないし中性領域で上記針状ゲータイト核粒子を成長させる方法等により得られた針状ゲータイト粒子を前駆体粒子として合成することができる。

【 0 0 1 6 】

なお、ゲータイト粒子の生成反応中に、必要に応じて粒子粉末の特性向上等のために通常添加されるNi、Zn、P、Si等の異種元素が添加されていても支障はない。また、前駆体粒子である針状ゲータイト粒子を200～500℃の温度範囲で脱水するか、必要に応じて、さらに350～800℃の温度範囲での加熱処理により焼き鈍しをして針状 α -Fe₂O₃粉末が得られる。また、針状 α -Fe₂O₃粉末を得るために脱水または焼き鈍しされる針状ゲータイト粒子が、表面にP、Si、B、Zr、Sb等の焼結防止剤が付着していても支障はない。350～800℃の温度範囲で加熱処理により焼き鈍しをするのは、脱水されて得られた針状Fe₂O₃粒子の粒子表面に生じている空孔を焼き鈍しにより、該粒子表面を溶融させて空孔をふさいで平滑な表面形態とさせることが好ましいからである。

【 0 0 1 7 】

上記針状ゲータイト粒を脱水または焼き鈍しして得られた針状 α -Fe₂O₃粒子は、それを水溶液中に分散して懸濁液とし、Al化合物を添加し、pH調整をしてその粒子表面を添加Al化合物で被覆した後、濾過、水洗、乾燥、粉碎、必要によりさらに脱気・圧密処理等を施し、しかる後、下層非磁性層の非磁性粉末として使用することもできる。この際、添加するAl化合物としては、酢酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム等のアルミニウム塩やアルミン酸ソーダ等のアルミン酸アルカリ塩等を使用することができる。Al化合物の添加量は、 α -Fe₂O₃粉末に対してAl換算で0.01～50質量%が適当である。0.01質量%未満である場合には、結合剤樹脂中にお

ける分散が不十分であり、50質量%を超える場合には粒子表面に浮遊するAl化合物同志が相互作用するために好ましくない。本発明で用いる下層非磁性層の非磁性粉末においては、Al化合物と共に、Si化合物を始めとして、P、Ti、Mn、Ni、Zn、Zr、Sn、Sbから選ばれる化合物の1種または2種以上を用いて被覆することもできる。Al化合物と共に用いるこれらの化合物の添加量は、それぞれ $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 粉末に対して0.01~50質量%の範囲が適当である。0.01質量%未満である場合には、添加による分散性向上の効果が殆どなく、50質量%を超える場合には、粒子表面以外に浮遊する化合物同志が相互作用するために好ましくない。

【0018】

本発明の磁気記録媒体の下層非磁性層では、カーボンブラックを混合させて公知の効果である表面電気抵抗 R_s を下げる、光透過率を小さくすることができると共に、所望のマイクロビッカース硬度を得ることができる。下層非磁性層のマイクロビッカース硬度は、通常25~60Kg/mm²、好ましくは、ヘッド当たりを調整するには30~50Kg/mm²である。このマイクロビッカース硬度は、NEC製薄膜硬度計HMA-400を用いて、稜角80度、先端半径0.1 μ mのダイヤモンド製三角錐針を圧子先端に用いて測定したものである。また、下層非磁性層の光透過率は、一般に波長900nm程度の赤外線吸収が3%以下、例えば、VHSでは0.8%以下であることが規格化されている。

【0019】

下層非磁性層に混合するカーボンブラックとしては、ゴム用ファーンエス、ゴム用サーマル、カラー用ブラック、アセチレンブラック等を用いることができる。用いるカーボンブラックのBET比表面積は、通常100~500m²/g、好ましくは150~400m²/g、DBP吸油量は、20~400ml/100g、好ましくは30~200ml/100gである。カーボンブラックの粒子径は、通常5~80nm、好ましくは10~50nm、さらに好ましくは10~40nmである。カーボンブラックのpHは、2~10、含水率は、0.1~10%、タップ密度は、0.1~1g/mlがそれぞれ好ましい。用いられるカーボンブラックの具体的な例としては、キャボット社製、BLACK PEARLS 2000、1300

、1000、900、800、880、700、VULCAN XC-72、三菱化成工業社製、#3050B、3150B、3250B、#3750B、#3950B、#950、#650B、#970B、#850B、MA-600、コンロンピアカーボン社製、CONDUCTEX SC、RAVEN 8800、8000、7000、5750、5250、3500、2100、2000、1800、1500、1255、1250、アクゾー社製、ケッチェンブラックECなどが挙げられる。カーボンブラックを分散剤などで表面処理したり、樹脂でグラフト化して使用しても、表面の一部をグラファイト化したものを使用してもかまわない。また、カーボンブラックを下層非磁性層塗料に添加する前にあらかじめ結合剤で分散してもかまわない。これらのカーボンブラックは上記無機質粉末に対して50質量%を越えない範囲、非磁性層総質量の40%を越えない範囲で利用できる。これらのカーボンブラックは単独または組合せで 사용할 ことができる。本発明で利用できるカーボンブラックは例えば「カーボンブラック便覧」（カーボンブラック協会編）を参考にすることができる。

【0020】

また、下層非磁性層には、有機質粉末を目的に応じて添加することもできる。この有機質粉末としては、アクリルスチレン系樹脂粉末、ベンゾグアナミン樹脂粉末、メラミン系樹脂粉末、フタロシアニン系顔料等が挙げられる。ポリオレフィン系樹脂粉末、ポリエステル系樹脂粉末、ポリアミド系樹脂粉末、ポリイミド系樹脂粉末、ポリフッ化エチレン樹脂も使用することができる。

【0021】

さらにまた、下層非磁性層の結合剤（バインダー）、潤滑剤、分散剤、添加剤、溶剤、分散方法その他は後記する磁性層のそれらが適用できる。特に、結合剤量、種類、添加剤、分散剤の添加量、種類に関しては磁性層に関する公知技術が適用できる。

【0022】

次に、本発明の磁気記録媒体の磁性層について説明する。磁性層に用いる強磁性粉末としては、 α -Fe、NiあるいはCo等を主成分（75%以上）とする強磁性金属粉末等が挙げられる。これらの中でも α -Feを主成分とする強磁性

合金粉末が好ましく、特に、Feを主体とし、CoをFeに対して30～40at%、AlもしくはSiをFeに対して単独または合計で2～20at%、YもしくはNdをFeに対して単独または合計で7～15at%それぞれ含有し、比表面積が $60\text{ m}^2/\text{g}$ 以下である強磁性合金粉末が好ましい。これらの強磁性金属粉末には、所定の主成分の原子以外にAl、Si、S、Sc、Ca、Ti、V、Cr、Cu、Y、Mo、Rh、Pd、Ag、Sn、Sb、Te、Ba、Ta、W、Re、Au、Hg、Pb、Bi、La、Ce、Pr、Nd、P、Co、Mn、Zn、Ni、Sr、Bなどの原子を含んでもかまわない。特に、 $\alpha\text{-Fe}$ を主成分とする強磁性合金粉末においては、Al、Si、Ca、Y、Ba、La、Nd、Co、Ni、Bが $\alpha\text{-Fe}$ 以外に含まれる元素として重要である。これらの強磁性金属粉末は、後記する分散剤、潤滑剤、界面活性剤、帯電防止剤などで分散前にあらかじめ処理を行ってもかまわない。具体的には、特公昭44-14090号、特公昭45-18372号、特公昭47-22062号、特公昭47-22513号、特公昭46-28466号、特公昭46-38755号、特公昭47-4286号、特公昭47-12422号、特公昭47-17284号、特公昭47-18509号、特公昭47-18573号、特公昭39-10307号、特公昭48-39639号、米国特許3026215号、同3031341号、同3100194号、同3242005号、同3389014号などに記載されている。また、これらの強磁性金属粉末は、少量の水酸化物、または酸化物を含んでもよい。

【0023】

磁性層に用いられる強磁性金属粉末は、公知の製造方法により得られたものを用いることができる。この製造方法として、複合有機酸塩（主としてシュウ酸塩）と水素などの還元性気体で還元する方法、酸化鉄を水素などの還元性気体で還元してFeあるいはFe-Co粒子などを得る方法、金属カルボニル化合物を熱分解する方法、強磁性金属の水溶液に水素化ホウ素ナトリウム、次亜リン酸塩あるいはヒドラジンなどの還元剤を添加して還元する方法、金属を低圧の不活性気体中で蒸発させて微粉末を得る方法等が挙げられる。このような方法で得られた強磁性金属粉末は、公知の徐酸化処理、すなわち有機溶剤に浸漬したのち乾燥させる方法、有機溶剤に浸漬したのち酸素含有ガスを送り込んで表面に酸化膜を形成したのち乾燥させる方法、有機溶剤を用いず酸素ガスと不活性ガスの分圧を調

整して表面に酸化皮膜を形成する方法のいずれかを施してから磁性層に用いることができる。

【0024】

また、磁性層に用いられる強磁性金属粉末は、 H_c が、通常 $1500 \sim 4000 \text{ e}$ ($118.5 \sim 316 \text{ kA/m}$)、好ましくは $1800 \sim 3500 \text{ e}$ ($142.2 \sim 276.5 \text{ kA/m}$)、さらに好ましくは $2000 \sim 3000 \text{ e}$ ($158 \sim 237 \text{ kA/m}$) であり、 σ_s が、通常 $110 \sim 200 \text{ emu/g}$ ($\text{A} \cdot \text{m}^2/\text{kg}$)、好ましくは $125 \sim 180 \text{ emu/g}$ ($\text{A} \cdot \text{m}^2/\text{kg}$)、さらに好ましくは $135 \sim 160 \text{ emu/g}$ ($\text{A} \cdot \text{m}^2/\text{kg}$) であり、長軸長が、通常 $0.03 \sim 0.20 \mu\text{m}$ 、好ましくは $0.04 \sim 0.15 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $0.06 \sim 0.11 \mu\text{m}$ であり、結晶子サイズが、通常 $80 \sim 300 \text{ \AA}$ 、好ましくは $100 \sim 200 \text{ \AA}$ 、さらに好ましくは $120 \sim 190 \text{ \AA}$ である。強磁性金属粉末の針状比は、 $4 \sim 18$ が好ましく、 $5 \sim 12$ がさらに好ましい。強磁性金属粉末の含水率は、 $0.01 \sim 2\%$ とするのが好ましい。また、強磁性金属粉末の含水率は結合剤の種類によって最適化することが好ましい。

【0025】

また、磁性層に用いられる強磁性金属粉末を BET 法による比表面積で表せば、通常 $45 \sim 80 \text{ m}^2/\text{g}$ 、好ましくは $50 \sim 70 \text{ m}^2/\text{g}$ である。 $25 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下ではノイズが高くなり、 $80 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上では十分な分散性が得られず好ましくない。

強磁性粉末の pH は、用いる結合剤との組合せにより最適化することが好ましい。その範囲は通常 $4 \sim 12$ 、好ましくは $6 \sim 10$ である。強磁性金属粉末は、必要に応じて、Al、Si、P またはこれらの酸化物などで表面処理を施してもかまわない。その量は、強磁性金属粉末に対し $0.1 \sim 10\%$ がこのましく、表面処理を施すと脂肪酸などの潤滑剤の吸着が 100 mg/m^2 以下になり好ましい。強磁性金属粉末には、可溶性の Na、Ca、Fe、Ni、Sr などの無機イオンを含む場合があるが、 200 ppm 以下であれば特に特性に影響を与えない。

【0026】

さらにまた、磁性層に用いられる強磁性金属粉末は、空孔が少ない方が好ましく、その値は通常 20 容量%以下、好ましくは 5 容量%以下である。また形状については、先に示した粒子サイズについての特性を満足すれば、針状、米粒状、棒状、紡錘状等いずれの形状でも構わない。この強磁性金属粉末の S F D が 0.6 以下を達成するためには、強磁性金属粉末の H c の分布を小さくする必要がある。そのためには、ゲータイトの粒度分布をよくする、あるいは γ -ヘマタイトの焼結を防止する等の方法がある。

【 0 0 2 7 】

磁性層に用いられる結合剤としては、従来公知の熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、反応型樹脂やこれらの混合物が使用される。この磁性層に用いられる結合剤は、上記のとおり下層非磁性層に適用することができる。

熱可塑性樹脂としては、通常、ガラス転移温度が $-100 \sim 150^{\circ}\text{C}$ 、数平均分子量が 1,000 \sim 200,000、好ましくは 10,000 \sim 100,000、重合度が約 50 \sim 1,000 程度のものである。熱可塑性樹脂の例としては、塩化ビニル、酢酸ビニル、ビニルアルコール、マレイン酸、アクリル酸、アクリル酸エステル、塩化ビニリデン、アクリロニトリル、メタクリル酸、メタクリル酸エステル、スチレン、ブタジエン、エチレン、ビニルブチラール、ビニルアセタール、ビニルエーテル等を構成単位として含む重合体または共重合体、ポリウレタン樹脂、各種ゴム系樹脂が挙げられる。

【 0 0 2 8 】

熱硬化性樹脂あるいは反応型樹脂の例としては、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、ポリウレタン硬化型樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、アルキド樹脂、アクリル系反応樹脂、ホルムアルデヒド樹脂、シリコーン樹脂、エポキシポリアミド樹脂、ポリエステル樹脂とイソシアネートプレポリマーの混合物、ポリエステルポリオールとポリイソシアネートの混合物、ポリウレタンとポリイソシアネートの混合物等が挙げられる。これらの樹脂については朝倉書店発行の「プラスチックハンドブック」に詳細に記載されている。また、公知の電子線硬化型樹脂を磁性層あるいは下層非磁性層に使用することも可能である。この電子線硬化型樹脂の例とその製造方法については特開昭 62-256219 号に詳細に記載されて

いる。

【0029】

上記各種の樹脂は、必要に応じて単独または組み合わせて結合剤として使用することができるが、好ましい組み合わせの例として、塩化ビニル樹脂、塩化ビニル酢酸ビニル樹脂、塩化ビニル酢酸ビニルビニルアルコール樹脂、塩化ビニル酢酸ビニル無水マレイン酸共重合体の中から選ばれる少なくとも1種と、ポリウレタン樹脂とを組み合わせたもの、あるいはこれらにポリイソシアネートを組み合わせたもの等が挙げられる。また、結合剤に用いるポリウレタン樹脂の構造としては、ポリエステルポリウレタン、ポリエーテルポリウレタン、ポリエーテルポリエステルポリウレタン、ポリカーボネートポリウレタン、ポリエステルポリカーボネートポリウレタン、ポリカプロラクトンポリウレタン、ポリオレフィンポリウレタンなどが挙げられる。

【0030】

また、上記結合剤に用いる各種樹脂は、必要に応じてより優れた分散性と耐久性を得るために、 $-\text{COOM}$ 、 $-\text{SO}_3\text{M}$ 、 $-\text{OSO}_3\text{M}$ 、 $-\text{P}=\text{O}(\text{OM})_2$ 、 $-\text{O}-\text{P}=\text{O}(\text{OM})_2$ 、（式中、Mは水素原子、またはアルカリ金属を表わす）、 $-\text{OH}$ 、 $-\text{NR}_2$ 、 $-\text{N}^+\text{R}_3$ （式中、Rは炭化水素基を表わす）エポキシ基、 $-\text{SH}$ 、 $-\text{CN}$ 、スルホベタイン、ホスホベタイン、カルボキシベタインなどから選ばれる少なくとも一つの極性基を導入したものをを用いることが好ましい。このような極性基の導入量は、一般に $10^{-1} \sim 10^{-8} \text{ eq/g}$ であり、好ましくは $10^{-2} \sim 10^{-6} \text{ eq/g}$ である。

【0031】

上記結合剤に用いる樹脂の具体的な例としては、日本ゼオン社製MR-104、MR-105、MR110、MR100、400X-110A、東洋紡社製バイロンUR8200、UR8300、UR-8600、UR-5500、UR-4300、RV530、RV280、FB-84、FB-79、大日精化社製ダイフェラミン4020、5020、5100、5300、9020、9022、7020、三菱化成社製MX5004、三洋化成社製サンプレンSP-150、TIM-3003、TIM-3005、旭化成社製サランF310、F210な

どが挙げられる。これらの中では、MR-104、MR110、UR-8200、UR8300、UR-8600、UR-5500、UR-4300、TIM-3005が好ましい。

【0032】

また、上記結合剤に用いるポリウレタン樹脂としては、 T_g が $80\sim 120^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $90\sim 100^{\circ}\text{C}$ 、破断伸びが $100\sim 2000\%$ 、破断応力が $0.05\sim 10\text{ kg/cm}^2$ 、降伏点が $0.05\sim 10\text{ kg/cm}^2$ であるものが好ましい。そして、ポリウレタン樹脂の中でも、分散性と高耐久性を確保する上で、ポリエステルポリオールと鎖延長剤と有機ジイソシアネートを主として反応させて得られたポリウレタンを含み、該ポリウレタンは、そのポリエステルポリオール中の二塩基酸が脂肪族二塩基酸を含み、ジオール成分の70モル%以上がアルキル分岐側鎖を有する環状構造を持たない脂肪族ジオール成分からなり、鎖延長剤が分岐側鎖の炭素数の合計が3以上のアルキル分岐側鎖をもつ脂肪族ジオールからなるポリウレタン樹脂(1)、あるいは、 $1\sim 6\text{ mmol/g}$ のエーテル基を有するポリオール10～50質量%と環状構造を有するジオールからなる鎖延長剤15～50質量%と有機ジイソシアネートからなるポリウレタン樹脂(2)が結合剤として好ましく用いられる。

ポリウレタン樹脂(1)のポリエステルポリオールに用いることのできる分岐脂肪族ジオールは、2, 2-ジメチル-1, 3-プロパンジオール、2-エチル-2-ブチル-1, 3-プロパンジオール、2, 2-ジエチル-1, 3-プロパンジオールが好ましい。ジオール中の分岐側鎖を有するジオールの含量は、 $80\sim 100\text{ mol}\%$ が好ましく、さらに好ましくは $90\sim 100\text{ mol}\%$ である。また、脂肪族二塩基酸は、コハク酸、アジピン酸、セバシン酸が好ましい。ポリエステルポリオールの全二塩基酸成分のうち脂肪族二塩基酸の含量が70モル%以上が好ましい。70モル%よりも少ないと実質的に芳香族二塩基酸などの環状構造を有する二塩基酸成分が増えるので溶剤溶解性が低下し、分散性が低下する。

ポリウレタン(2)に用いることのできる環状構造を有する短鎖ジオールは、水素化ビスフェノールAおよび水素化ビスフェノールAのプロピレンオキサイド付加物が好ましい。環状構造を有する短鎖ジオール含量は20～40質量%が好ま

しく、20質量%以下では力学強度が低下し、耐久性が低下し、40質量%以上では溶剤溶解性が低下し、分散性が低下する。また、エーテル基を含有するポリオールは、水素化ビスフェノールAおよび水素化ビスフェノールAのポリプロピレンオキサイド付加物が好ましい。エーテル基を含有するポリオールの含量は20～45質量%が好ましく、20質量%以下では粉体への吸着がしにくくなり分散性が低下し、45質量%以上では塗膜強度が低下するので耐久性が低下する。

ポリウレタン(1)のウレタン基濃度は、2.5～4.5 mmol/gが好ましく、さらに好ましくは3.0～4.0 mmol/gである。2.5 mmol/gよりも少ないと塗膜のTgが低下し、耐久性が低下する。4.5 mmol/gよりも多いと溶剤溶解性が低下し、分散性が低下すると共に、必然的にポリオールを含有できなくなるために分子量コントロールをしにくい等の合成上の不都合が生じやすい。

ポリウレタン(1)、(2)の分子量は、Mw 3～7万が好ましく、さらに好ましくは4～6万である。3万未満では塗膜強度が低下し、耐久性が低下し、7万以上では溶剤への溶解性が低下し、分散性が低下する。ポリウレタン(1)、(2)のTgは80～120℃が好ましく、80℃未満では高温での塗膜強度が低下するので耐久性、保存性が低下し、150℃以上ではカレンダー成形性が低下し、電磁変換特性が低下する。

ポリウレタン(1)、(2)の極性基は、 $-\text{SO}_3\text{M}$ 、 $-\text{OSO}_3\text{M}$ 、 $-\text{PO}_3\text{M}_2$ 、 $-\text{COOM}$ (式中、Mは水素原子、またはアルカリ金属を表わす)が好ましく、さらに好ましくは $-\text{SO}_3\text{M}$ 、 $-\text{OSO}_3\text{M}$ である。極性基の含有量は $1 \times 10^{-5} \sim 2 \times 10^{-4} \text{ eq/g}$ が好ましく、 $1 \times 10^{-5} \text{ eq/g}$ 未満の時には磁性体への吸着が不十分となるので分散性が低下し、 $2 \times 10^{-4} \text{ eq/g}$ 以上では溶剤への溶解性が低下するので分散性が低下する。

ポリウレタン(1)、(2)のOH基含量は2～20個/分子。好ましくは3～15個/分子である。3個/分子未満ではイソシアネート硬化剤との反応性が低下する為に塗膜強度が低下し、耐久性が低下する。また、15個/分子以上では溶剤への溶解性が低下するので分散性が低下する。

【0033】

また、上記結合剤に用いるポリイソシアネートとしては、トリレンジイソシアネート、4, 4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、ナフチレン-1, 5-ジイソシアネート、オートルイジンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、トリフェニルメタントリイソシアネート等のイソシアネート類、また、これらのイソシアネート類とポリアルコールとの生成物、また、イソシアネート類の縮合によって生成したポリイソシアネート等を使用することができる。これらのイソシアネート類の市販されている商品名としては、日本ポリウレタン社製、コロネートL、コロネートHL、コロネート2030、コロネート2031、ミリオネートMRミリオネートMTL、武田薬品社製、タケネートD-102、タケネートD-110N、タケネートD-200、タケネートD-202、住友バイエル社製、デスモジュールL、デスモジュールIL、デスモジュールNデスモジュールHL、等があり、これらを単独または硬化反応性の差を利用して二つもしくはそれ以上の組合せで用いることができる。

【0034】

磁性層に用いられる上記各種の樹脂からなる結合剤の使用量は、強磁性金属粉末に対し、通常8～24質量%の範囲、好ましくは12～24質量%の範囲である。樹脂の組み合わせ使用の例を挙げれば、塩化ビニル系樹脂が5～30質量%、ポリウレタン樹脂が2～20質量%、ポリイソシアネートが2～20質量%の範囲でこれらを組み合わせて用いるのが好ましい。特に、磁性層にポリイソシアネートを含まず、下層非磁性層にポリイソシアネートを含む構成が望ましい。この理由は、磁性層のポリイソシアネートが液中で硬化反応を起こして、強磁性金属粉末の凝集が起こることを防止することに効果がある。

【0035】

本発明の磁気記録媒体は、少なくとも下層非磁性層と磁性層の二層からなる。下層非磁性層および磁性層は各々単層でも複層構造でもよい。したがって、各層の結合剤量、結合剤中に占める例えば塩化ビニル系樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリイソシアネート、あるいはそれ以外の樹脂の量、各層を形成する各樹脂の分子量、極性基量、あるいは先に述べた樹脂の物理特性などを必要に応じ各層で変え

ることはもちろん可能であり、多層磁性層に関する公知技術を適用できる。例えば、上層（磁性層）と下層（非磁性層）の組合せ、または、上層（磁性層）と中間層（非磁性層）と下層（磁性層）の組合せ、さらに、上層（磁性層）と中間層（磁性層）と下層（非磁性層）の組み合わせで結合剤量を変更する場合、磁性層表面の擦傷を減らすためには磁性層の結合剤量を増量することが有効であり、ヘッドに対するヘッドタッチを良好にするためには、磁性層以外の中間層の結合剤量を多くして柔軟性を持たせることにより達成される。

【 0 0 3 6 】

磁性層に用いられるカーボンブラックは、ゴム用ファーンズ、ゴム用サーマル、カラー用ブラック、アセチレンブラック等を用いることができる。比表面積は $5 \sim 500 \text{ m}^2/\text{g}$ 、DBP吸油量は $10 \sim 400 \text{ ml}/100 \text{ g}$ 、粒子径は $5 \sim 300 \text{ nm}$ 、pHは $2 \sim 10$ 、含水率は $0.1 \sim 10\%$ 、タップ密度は $0.1 \sim 1 \text{ g/cc}$ が好ましい。かかるカーボンブラックの具体的な例としては、キャボット社製、BLACKPEARLS 2000、1300、1000、900、800、700、VULCAN XC-72、旭カーボン社製、#80、#60、#55、#50、#35、三菱化成工業社製、#2400B、#2300、#900、#1000、#30、#40、#10B、コンロンビアカーボン社製、CONDUCTEX SC、RAVEN 150、50、40、15などが挙げられる。カーボンブラックを分散剤などで表面処理したり、樹脂でグラフト化して使用しても、表面の一部をグラファイト化したものを使用してもかまわない。また、カーボンブラックを磁性塗料に添加する前にあらかじめ結合剤で分散してもかまわない。これらのカーボンブラックは単独、または組合せで使用することができる。カーボンブラックの使用量は、強磁性粉末に対する量の $0.1 \sim 30\%$ が好ましい。カーボンブラックは、磁性層の帯電防止、摩擦係数低減、遮光性付与、膜強度向上などの働きがあり、これらは用いるカーボンブラックにより異なる。したがって、本発明に使用されるこれらのカーボンブラックは、磁性層、下層非磁性層でその種類、量、組合せを変え、粒子サイズ、吸油量、電導度、pHなどの先に示した諸特性をもとに目的に応じて使い分けることはもちろん可能である。本発明の磁性層で使用できるカーボンブラックは、例えば「カーボン

ブラック便覧」(カーボンブラック協会編)を参考にすることができる。

【0037】

磁性層に用いられる研磨剤としては、 α 化率90%以上の α -アルミナ、 β -アルミナ、炭化ケイ素、酸化クロム、酸化セリウム、 α -酸化鉄、コランダム、人造ダイヤモンド、窒化珪素、炭化珪素チタンカーバイド、酸化チタン、二酸化珪素、窒化ホウ素など主としてモース6以上の公知の材料が単独または組合せて使用される。また、これらの研磨剤同士の複合体(研磨剤を他の研磨剤で表面処理したもの)を使用してもよい。これらの研磨剤には、主成分以外の化合物または元素が含まれる場合もあるが、主成分が90%以上であれば効果にかわりはない。これら研磨剤の粒子サイズは、 $0.01 \sim 2 \mu\text{m}$ が好ましいが、必要に応じて粒子サイズの異なる研磨剤を組み合わせたり、単独の研磨剤でも粒径分布を広くして同様の効果をもたせることもできる。タップ密度は $0.3 \sim 2 \text{ g/cc}$ 、含水率は $0.1 \sim 5\%$ 、pHは $2 \sim 11$ 、比表面積は $1 \sim 30 \text{ m}^2/\text{g}$ が好ましい。研磨剤の形状は、針状、球状、サイコロ状等のいずれの形状でも良いが、形状の一部に角を有するものが研磨性が高く好ましい。研磨剤の具体的な例としては、住友化学社製、AKP-20、AKP-30、AKP-50、HIT-50、HIT-60、HIT-60A、HIT-70A、HIT-80、HIT-80G、HIT-100、日本化学工業社製、G5、G7、S-1、戸田工業社製、TF-100、TF-140などが挙げられる。これらの研磨剤は、下層非磁性層に適用することができる。そして、これらの研磨剤は、下層非磁性層、磁性層で種類、量および組合せを変え、目的に応じて使い分けることはもちろん可能である。これらの研磨剤は、あらかじめ結合剤で分散処理したのち磁性塗料中に添加してもかまわない。本発明の磁気記録媒体の磁性層表面および磁性層端面に存在する研磨剤は $5 \sim 30 \text{ 個}/100 \mu\text{m}^2$ が好ましい。

【0038】

磁性層に用いられる添加剤としては、潤滑効果、帯電防止効果、分散効果、可塑効果などをもつものが使用される。この添加剤として、二硫化モリブデン、二硫化タングステングラファイト、窒化ホウ素、フッ化黒鉛、シリコンオイル、極性基をもつシリコン、脂肪酸変性シリコン、フッ素含有シリコン、フッ

素含有アルコール、フッ素含有エステル、ポリオレフィン、ポリグリコール、アルキル燐酸エステルおよびそのアルカリ金属塩、アルキル硫酸エステルおよびそのアルカリ金属塩、ポリフェニルエーテル、フッ素含有アルキル硫酸エステルおよびそのアルカリ金属塩、炭素数10～24の一塩基性脂肪酸（不飽和結合を含んでも、また分岐していてもかまわない）およびこれらの金属塩（Li、Na、K、Cuなど）、炭素数12～22の一価、二価、三価、四価、五価、六価アルコール（不飽和結合を含んでも、また分岐していてもかまわない）、炭素数12～22のアルコキシアルコール、炭素数10～24の一塩基性脂肪酸（不飽和結合を含んでも、また分岐していてもかまわない）と炭素数2～12の一価、二価、三価、四価、五価、六価アルコール（不飽和結合を含んでも、また分岐していてもかまわない）のいずれか一つとからなるモノ脂肪酸エステルまたはジ脂肪酸エステルまたはトリ脂肪酸エステル、アルキレンオキシド重合物のモノアルキルエーテルの脂肪酸エステル、炭素数8～22の脂肪酸アミド、炭素数8～22の脂肪族アミンなどが使用できる。これらの添加剤は、上記のとおり下層非磁性層に適用することができる。

【0039】

これらの具体例としては、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、ステアリン酸ブチル、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、エライジン酸、ステアリン酸オクチル、ステアリン酸アミル、ステアリン酸イソオクチル、ミリスチン酸オクチル、ステアリン酸ブトキシエチル、アンヒドロソルビタンモノステアレート、アンヒドロソルビタンジステアレート、アンヒドロソルビタントリステアレート、オレイルアルコール、ラウリルアルコール等が挙げられる。また、アルキレンオキサイド系、グリセリン系、グリシドール系、アルキルフェノールエチレンオキサイド付加体等のノニオン界面活性剤、環状アミン、エステルアミド、第四級アンモニウム塩類、ヒダントイン誘導体、複素環類、ホスホニウムまたはスルホニウム類等のカチオン系界面活性剤、カルボン酸、スルホン酸、燐酸、硫酸エステル基、燐酸エステル基などの酸性基を含むアニオン界面活性剤、アミノ酸類、アミノスルホン酸類、アミノアルコールの硫酸または燐酸エステル類、アルキルベダイン型等の両性界面活性剤等も使用できる。

。これらの界面活性剤については、「界面活性剤便覧」（産業図書株式会社発行）に詳細に記載されている。これらの潤滑剤、帯電防止剤等は必ずしも100%純粋ではなく、主成分以外に異性体、未反応物、副反応物、分解物、酸化物等の不純分が含まれてもかまわない。これらの不純分は30%以下が好ましく、さらに好ましくは10%以下である。

【0040】

これらの潤滑剤、界面活性剤は、上記のとおり磁性層と共に下層非磁性層にも適用できるものであるが、下層非磁性層、磁性層でその種類、量を必要に応じ使い分けることができる。例えば、下層非磁性層、磁性層で融点の異なる脂肪酸を用い表面へのにじみ出しを制御する、沸点や極性の異なるエステル類を用い表面へのにじみ出しを制御する、界面活性剤量を調節することで塗布の安定性を向上させる、潤滑剤の添加量を下層非磁性層で多くして潤滑効果を向上させるなど考えられ、無論ここに示した例のみに限られるものではない。また、磁性層に用いられる添加剤の全てまたはその一部は、磁性塗料製造のどの工程で添加してもかまわない、例えば、混練工程前に強磁性粉末と混合する場合、強磁性粉末と結合剤と溶剤による混練工程で添加する場合、分散工程で添加する場合、分散後に添加する場合、塗布直前に添加する場合などがある。また、目的に応じて磁性層を塗布した後、同時または逐次塗布で、添加剤の一部または全部を塗布することにより目的が達成される場合がある。また、目的によってはカレンダーした後、またはスリット終了後、磁性層表面に潤滑剤を塗布することもできる。

【0041】

上記潤滑剤の商品例としては、日本油脂社製、NAA-102、NAA-415、NAA-312、NAA-160、NAA-180、NAA-174、NAA-175、NAA-222、NAA-34、NAA-35、NAA-171、NAA-122、NAA-142、NAA-160、NAA-173K、ヒマシ硬化脂肪酸、NAA-42、NAA-44、カチオンSA、カチオンMA、カチオンAB、カチオンBB、ナイミーンL-201、ナイミーンL-202、ナイミーンS-202、ノニオンE-208、ノニオンP-208、ノニオンS-207、ノニオンK-204、ノニオンNS-202、ノニオンNS-210、ノ

ニオンHS-206、ノニオンL-2、ノニオンS-2、ノニオンS-4、ノニオンO-2、ノニオンLP-20R、ノニオンPP-40R、ノニオンSP-60R、ノニオンOP-80R、ノニオンOP-85R、ノニオンLT-221、ノニオンST-221、ノニオンOT-221、モノグリMB、ノニオンDS-60、アノンBF、アノンLG、ブチルステアレート、ブチルラウレート、エルカ酸、関東化学社製、オレイン酸、竹本油脂社製、FAL-205、FAL-123、新日本理化社製、エヌジェルブLO、エヌジョルブIPM、サンソサイザーE4030、信越化学社製、TA-3、KF-96、KF-96L、KF96H、KF410、KF420、KF965、KF54、KF50、KF56、KF907、KF851、X-22-819、X-22-822、KF905、KF700、KF393、KF-857、KF-860、KF-865、X-22-980、KF-101、KF-102、KF-103、X-22-3710、X-22-3715、KF-910、KF-3935、ライオンアーマー社製、アーマイドP、アーマイドC、アームスリップCP、ライオン油脂社製、デミオミンTDO、日清製油社製、BA-41G、三洋化成社製、プロファン2012E、ニューポールPE61、イオネットMS-400、イオネットMO-200、イオネットDL-200、イオネットDS-300、イオネットDS-1000、イオネットDO-200などが挙げられる。

【0042】

本発明で用いられる有機溶媒は任意の比率でアセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、ジイソブチルケトン、シクロヘキサノン、イソホロン、テトラヒドロフラン等のケトン類、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、イソブチルアルコール、イソプロピルアルコール、メチルシクロヘキサノールなどのアルコール類、酢酸メチル、酢酸ブチル、酢酸イソブチル、酢酸イソプロピル、乳酸エチル、酢酸グリコールなどのエステル類、グリコールジメチルエーテル、グリコールモノエチルエーテル、ジオキサンなどのグリコールエーテル系、ベンゼン、トルエン、キシレン、クレゾール、クロルベンゼンなどの芳香族炭化水素類、メチレンクロライド、エチレンクロライド、四塩化炭素、クロロホルム、エチレンクロルヒドリン、ジクロルベンゼンなどの塩素化炭化水

素類、N、N-ジメチルホルムアミド、ヘキサンなどのものを使用できる。これら有機溶媒は、必ずしも100%純粋ではなく、主成分以外に異性体、未反応物、副反応物、分解物、酸化物、水分等の不純分が含まれてもかまわない。これらの不純分は30%以下が好ましく、さらに好ましくは10%以下である。本発明で用いる有機溶媒は磁性層と中間層でその種類は同じであることが好ましい。その添加量を変えてもかまわない。中間層に表面張力の高い溶媒（シクロヘキサノン、ジオキサンなど）を用い塗布の安定性をあげる、具体的には磁性層溶剤組成の表面張力算術平均値が下層非磁性層溶剤組成の表面張力算術平均値を下回らないことが肝要である。分散性を向上させるためにはある程度極性が強い方が好ましく、溶剤組成の内、誘電率が15以上20以下の溶剤が50質量%以上含まれることが好ましい。また、溶解パラメータは8～11であることが好ましい。

【0043】

本発明の磁気記録媒体の厚み構成は、非磁性支持体の厚さが通常2.0～8.0 μm 、好ましくは3.0～7.5 μm 、さらに好ましくは4.0～7.0 μm であり、下層非磁性層の厚さが通常0.2～4.0 μm 、好ましくは0.3～2.0 μm 、さらに好ましくは0.5～1.5 μm である。また、非磁性支持体と下層非磁性層の間に密着性向上のための接着層を設けることができる。接着層の厚みは、通常0.01～2 μm 、好ましくは0.02～0.5 μm である。また、非磁性支持体の磁性層側と反対側にバックコート層を設けてもかまわない。この厚みは、通常0.1～2 μm 、好ましくは0.3～1.0 μm である。これらの接着層、バックコート層は公知のものが使用できる。

【0044】

そして、本発明の磁気記録媒体の総厚さは、通常4.5～8.5 μm 、好ましくは5.0～7.3 μm 、さらに好ましくは6.3～7.3 μm である。ここで、4.5 μm より小さいと、テープのスチフネスが低下し、十分な走行耐久性が得られないし、ヘッドテープインターフェイスが不安定になることがあるので好ましくなく、8.5 μm より大きいと、テープの剛性が高すぎて、なめらかなヘッドテープインターフェイスを得ることができなくなることがあるので好ましくない。

【 0 0 4 5 】

本発明に用いられる非磁性支持体は、マイクロビッカース硬度が通常 $75 \sim 150 \text{ kg/mm}^2$ 、好ましくは $50 \sim 100 \text{ kg/mm}^2$ である、二軸延伸を行ったポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリアミド、ポリイミド、ポリアミドイミド、芳香族ポリアミド、ポリベンズオキシダゾールなどの公知のフィルムが使用できる。特に、アラミド樹脂もしくはポリエチレンナフタレートのフィルムが、ある程度薄いものでも十分な剛性が得られるので、非磁性支持体としてより好ましい。

【 0 0 4 6 】

これらの非磁性支持体には、あらかじめコロナ放電処理、プラズマ処理、易接着処理、熱処理、除塵処理などを行っても良い。非磁性支持体の下層非磁性層を塗布する面の中心線平均表面粗さは、本発明では通常 $0.5 \sim 7.0 \text{ nm}$ に制御される。また、非磁性支持体は、単に中心線平均表面粗さが小さいだけではなく、 $1 \mu\text{m}$ 以上の粗大突起がないことが好ましい。また、表面の粗さ形状は、必要に応じて非磁性支持体に添加されるフィラーの大きさや量により自由にコントロールすることができる。これらのフィラーの例としては、Al、Ca、Si、Ti などの酸化物や炭酸塩などの無機微粉末（結晶性、非晶質を問わない）、アクリル系、メラミン系などの有機微粉末が挙げられる。また、走行耐久性との両立を図るためには、バック層を塗布する面の粗さは磁性層を塗布する面の粗さより粗いことが好ましい。バック層塗布面の中心線表面粗さは、好ましくは 1 nm 以上、さらに好ましくは 4 nm 以上である。磁性層塗布面とバック層塗布面との粗さを変える場合には、デュアル構成の支持体を用いても良いし、コーティング層を設けることによって変えても構わない。

【 0 0 4 7 】

本発明に用いられる非磁性支持体のテープ走行方向の F-5 値は、好ましくは $10 \sim 50 \text{ kg/mm}^2$ 、テープ幅方向の F-5 値は、好ましくは $10 \sim 30 \text{ kg/mm}^2$ であり、テープの長手方向の F-5 値がテープ幅方向の F-5 値より高いのが一般的であるが、ただし、特に幅方向の強度を高くするときにはこの限りでない。また、非磁性支持体のテープ走行方向および幅方向の 100

℃30分での熱収縮率は、好ましくは3%以下、さらに好ましくは1.5%以下、80℃30分での熱収縮率は、好ましくは1%以下、さらに好ましくは0.5%以下である。破断強度は両方向とも5~100 kg/mm²、弾性率は100~2000 kg/mm²が好ましい。また、非磁性支持体のテープの900nmでの光透過率は30%以下が好ましく、さらに好ましくは3%以下である。

【0048】

本発明の磁気記録媒体の磁性塗料を製造する工程は、少なくとも混練工程、分散工程、およびこれらの工程の前後に必要な応じて設けた混合工程からなる。個々の工程はそれぞれ2段階以上に分かれていてもかまわない。本発明に使用する強磁性粉末、結合剤、カーボンブラック、研磨剤、帯電防止剤、潤滑剤、溶剤などすべての原料は、どの工程の最初または途中で添加してもかまわない。また、個々の原料を2つ以上の工程で分割して添加してもかまわない。例えば、ポリウレタンを混練工程、分散工程、分散後の粘度調整のための混合工程で分割して投入してもよい。本発明の磁気記録媒体を製造するためには、従来の公知の製造技術を一部の工程として用いることができることはもちろんであるが、さらに分散性を向上させるために混練工程では連続ニーダや加圧ニーダなど強い混練力をもつものを使用場合は、強磁性金属粉末と結合剤の全てまたはその一部（ただし全結合剤の30%以上が好ましい）および強磁性金属粉末100部に対し15~500部の範囲で混練処理される。これらの混練処理の詳細については特開平1-166338号、特開昭64-79274号に記載されている。また、下層非磁性層液を調製する場合には高比重の分散メディアを用いることが望ましく、ジルコニアピーズが好適である。

【0049】

本発明において、多層構成の磁気記録媒体を製造するには、ウェットオンウェット塗布方式が好ましく、以下のような構成を提案できる。

1. 磁性塗料の塗布で一般的に用いられるグラビア塗布、ロール塗布、ブレード塗布、エクストルージョン塗布装置等により、まず下層非磁性層を塗布し、下層非磁性層がウェット状態にのうちに特公平1-46186号や特開昭60-238179号、特開平2-265672号に開示されている支持体加圧型エクストルージョン塗布装置によ

り磁性層を塗布する。

2. 特開昭63-88080号、特開平2-17971号、特開平2-265672号に開示されているような塗布液通液スリットを二つ内蔵する一つの塗布ヘッドにより上層、下層をほぼ同時に塗布する。

3. 特開平2-174965号に開示されているバックアップロール付きエクストルージョン塗布装置により上下層をほぼ同時に塗布する。

なお、磁性粒子の凝集による磁気記録媒体の電磁変換特性等の低下を防止するため、特開昭62-95174号や特開平1-236968号に開示されているような方法により塗布ヘッド内部の塗布液にせん断を付与することが望ましい。さらに、塗布液の粘度については、特開平3-8471号に開示されている数値範囲を満足する必要がある。

【0050】

一般的には、磁気記録媒体を得るためには強力な配向を行う必要があり、例えば1000G (0.1T) 以上のソレノイドと2000G (0.2T) 以上のコバルト磁石を同極対向で併用することが行われる。しかし、本発明の磁気記録媒体は、強力な配向により角型比が0.85以上になるとエラーレートが悪化するので、例えばソレノイドの磁場を1000G (0.1T) 以下、好ましくは800G (0.08T) 以下に設定し、角型比を調整する要がある。また、一般的に、高密度記録を行うためには、針状、板状に関わらず、磁化容易軸を垂直方向に傾けることが有効であることが知られており、これと組み合わせることも有効である。また、非磁性支持体には、非磁性層、磁性層を同時重層塗布する以前にポリマーを主成分とする接着層を設けることやコロナ放電、UV照射、EB照射することにより接着性を高める公知の手法を組み合わせることが好ましい。

【0051】

また、カレンダー処理は、エポキシ、ポリイミド、ポリアミド、ポリイミドアミド等の耐熱性のあるプラスチックロールを使用する。また、金属ロール同士で処理することもできる。処理温度は、好ましくは80～120℃、さらに好ましくは90～100℃以上である。線圧力は好ましくは200～500kg/cm、さらに好ましくは300～400kg/cm以上である。

【0052】

本発明の磁気記録媒体の磁性層面およびその反対面のSUS420Jに対する摩擦係数は、好ましくは0.1～0.5、さらに好ましくは0.2～0.3である。表面固有抵抗は好ましくは $10^4 \sim 10^{12}$ オーム/sq、磁性層の0.5%伸びでの弾性率は走行方向、幅方向とも好ましくは $100 \sim 2000 \text{ kg/mm}^2$ 、破断強度は好ましくは $1 \sim 30 \text{ kg/cm}^2$ 、磁気記録媒体の弾性率は走行方向、幅方向とも好ましくは $100 \sim 1500 \text{ kg/mm}^2$ 、残留伸びは好ましくは0.5%以下、 100°C 以下のあらゆる温度での熱収縮率は好ましくは1%以下、さらに好ましくは0.5%以下、もっとも好ましくは0.1%以下で、0%が理想である。磁性層のガラス転移温度(110HZで測定した動的粘弾性測定の損失弾性率の極大点)は、 $50 \sim 120^\circ\text{C}$ が好ましく、下層非磁性層のそれは $0 \sim 100^\circ\text{C}$ が好ましい。損失弾性率は $1 \times 10^8 \sim 8 \times 10^9 \text{ dyne/cm}^2$ の範囲にあることが好ましく、損失正接は0.2以下であることが好ましい。損失正接が大きすぎると粘着故障がしやすい。磁性層中に含まれる残留溶媒は、好ましくは 10 mg/m^2 以下、さらに好ましくは 10 mg/m^2 以下であり、磁性層に含まれる残留溶媒が下層非磁性層に含まれる残留溶媒より少ない方が好ましい。磁性層が有する空隙率は、下層非磁性層、磁性層とも好ましくは30容量%以下、さらに好ましくは20容量%以下である。空隙率は高出力を果たすためには小さい方が好ましいが、目的によってはある値を確保した方が良い場合がある。例えば、繰り返し用途が重視されるデータ記録用磁気記録媒体では、空隙率が大きい方が走行耐久性は好ましいことが多い。

【0053】

本発明の磁気記録媒体は、上記のとおり下層非磁性層と磁性層を有するが、目的に応じ下層非磁性層と磁性層でこれらの物理特性を変えることができるのは容易に推定されることである。例えば、磁性層の弾性率を高くし走行耐久性を向上させると同時に、下層非磁性層の弾性率を磁性層より低くして磁気記録媒体のヘッドへの当りを良くするなどである。また、支持体のテンシライズ方法を変更して、ヘッド当たりを改良することが本発明においても有効であり、テープ長手方向に対し、直角な方向にテンシライズした支持体の方がヘッド当たりが良好にな

る場合が多い。

【0054】

【実施例】

以下に、本発明の実施例を示し、本発明をさらに詳細に説明する。本発明は以下の実施例に限定されるものではない。以下の記載において「部」は「質量部」を、「%」は「質量%」をそれぞれ示す。

【0055】

実施例1～11、比較例1～7

〔磁性層塗布液成分〕

強磁性金属粉末 下記表1に示した磁性体粉末 100部

塩化ビニル系共重合体 10部

日本ゼオン製MR-110

ポリウレタン樹脂 6部

ウレタン基濃度 4.0 mmol/g

エーテル基濃度 5.0 mmol/g

分子量 4万 (MW)

構造 (モル比)

水素化ビスフェノールA (新日本理化製リカノピールHB) 0.6

ビスフェノールAのポリプロピレンオキシド付加物 (分子量600) 0.3

スルホイソフタル酸エチレンオキシド付加物 0.05

ジフェニルメタニソシアネート 1.0

トリメチロールプロパン 0.05

-SO₃Na基 (1.0 × 10⁻⁴ eq/g)

T_g 90℃

α-Al₂O₃ (平均粒径0.15 μm) 5部

カーボンブラック (平均粒径0.08 μm) 1.5部

ブチルステアレート 1部

ステアリン酸 2部

メチルエチルケトン 90部

シクロヘキサノン

30部

トルエン

60部

【0056】

【表1】

磁性体	A	B	C	D	E
Hc Oe ^{*1}	2510	2650	2840	2560	2320
Co at%	30	35	35	38	30
Y at%	10	11	15	3.4	7
Nd at%				1.5	
Al at%	23.5	24.5	23	10.1	14
Si at%				3.2	
長軸長 μm	0.1	0.13	0.13	0.1	0.1
比表面積 m^2/g	50	42	50	58	45

【0057】

* 1 Oe換算値 (1 Oe = 79 kA/mとして換算、以下同じ)

A = 198.3 kA/m、B = 209.4 kA/m、

C = 224.4 kA/m、D = 202.2 kA/m、

E = 183.3 kA/m

【0058】

〔下層非磁性層塗布液成分〕

非磁性粉体

80部

 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$

ヘマタイト

長軸長

0.15 μm

BET法による比表面積

52 m^2/g

pH

9

タップ密度

0.8

DBP吸油量

27 ~ 38 g/100g、

表面処理剤

Al = 6 at%、Si = 7 at%、P = 1 at%

カーボンブラック

20部

平均一次粒子径

16 nm

DBP吸油量

80 ml/100g

pH	8.0
BET法による比表面積	250 m ² /g
揮発分	1.5 %
塩化ビニル系共重合体	12部
日本ゼオン製MR-110	
ポリエステルポリウレタン樹脂	5部
磁性層使用ウレタン樹脂と同じもの	
α -Al ₂ O ₃ (平均粒径0.2 μ m)	5部
ブチルステアレート	2部
ステアリン酸	2部
メチルエチルケトン	100部
シクロヘキサノン	50部
トルエン	50部

【0059】

上記磁性層塗布液成分と下層非磁性層塗布液成分について、各成分をオープンニーダで混練したのち、サンドミルを用いて分散させた。得られた分散液にポリイソシアネート（日本ポリウレタン（株）製コロネートL）を5部加え、さらにそれぞれにメチルエチルケトン、シクロヘキサノン混合溶媒40部を加え、1 μ mの平均孔径を有するフィルターを用いて濾過し、塗布液を調整した。得られた磁性層塗布液は乾燥後の厚さが0.25 μ mになるように、得られた下層非磁性層塗布液は乾燥後の厚さが1.5 μ mになるように、厚さ6.5 μ mで磁性層塗布面の中心線表面粗さが0.0015 μ mのポリエチレンテレフタレート支持体上に塗布を行い、両層がまだ湿潤状態にあるうちに5000 G (0.5 T) の磁力をもつコバルト磁石と6000 G (0.6 T) の磁力をもつソレノイドにより配向させた。角型 (SQ) はソレノイド電流値を変えて作成した。乾燥後に、厚み0.5 μ mのバック層を塗布した。その後、金属ロールとエポキシ樹脂ロールから構成される7段のカレンダで温度100℃にて分速200 m/minで処理を行い、6.35 mmの幅にスリットし、1/4 吋ビデオテープを作成した。

【0060】

実施例 1、比較例 1～4 は $SQ0.84\sim0.88$ に調整した。実施例 2～7、比較例 5 は $SQ0.80\sim0.84$ に調整した。実施例 8～11 は $SQ0.74\sim0.77$ に調整した。比較例 6、7 は $SQ0.7$ 以下に調整した。以上のようにして得られた実施例 1～11 および比較例 1～7 の磁気記録媒体の特性を下記の測定方法によって測定し、その結果を表 2 に示した。

【 0 0 6 1 】

〔測定方法〕

1) BH特性

東栄工業（株）製振動試料型磁力計（VSM）を用いて、外部磁界 10 kOe （ 790 kA/m ）で BH 特性を測定した。SQ とは残留磁束密度 B_r の飽和磁束密度 B_m に対する比である。

2) 20.9MHz 出力

DVCPRO D750VTR（松下電器産業株式会社製）で 20.9MHz の信号を記録し、この信号を再生した時の 20.9MHz 信号再生出力をオシロスコープで測定した。レファレンスには富士フイルム製 DP121 M66 テープを 0dB とし用いた。0dB 以上を良好な出力と判断した。

3) BER測定（ビットエラーレート測定）

DVCPRO D750VTR（松下電器産業株式会社製）で 20.9MHz の信号を記録し、この信号を再生した時の 20.9MHz 信号再生出力をデジタルストレージオシロスコープで総ビット数で 10 万回取り込み、そのビット振幅量の分布幅より、 -6 dB を越える分布量より BER を求めた。詳細は特開平 2000-40201 号に提案されている。 1×10^{-5} 以下を良好なエラーレートと判断した。

4) スチル測定

DVCPRO-VTR D750 を -5°C 環境下にて、それぞれの試料を VTR に挿入し、スチルモードにて RF 出力を観察し、出力が出なくなるまでの時間を計測した。60 分以上を良好なテープとした。

5) Ra 測定

Ra は、デジタルオプチカルプロファイメーター（WYKO 製）を用いた MIR

AU法によりカットオフ0.25mmの条件で中心線粗さをRaとしてnmで示した。

【0062】

【表2】

(角型比0.84~0.88の実験)

	実施例1	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
磁性体	A	B	C	D	E
上層厚み	0.26	0.23	0.24	0.26	0.25
テープHc	2610	2840	2960	2690	2470
テープSQ	0.84	0.87	0.88	0.86	0.86
テープSFD	0.31	0.295	0.287	0.304	0.321
テープRa nm	2.8	2.4	2.3	2.4	2.3
RF出力	1.4	2.1	2.3	1.7	1.5
BER	2×10^{-5}	8×10^{-4}	7×10^{-4}	9×10^{-4}	9×10^{-4}
スチル	110	50	45	50	50

注：角型比が0.85以上でBERが 10^{-5} 台に到達せず、スチルも目標の60分を達成せず

角型比0.85以下でBER、スチル共に良好なサンプルを得た。

【0063】

【表3】

(角型比0.80~0.84の実験)

	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	比較例5	実施例6	実施例7
磁性体	A	B	C	D	E	B	B
上層厚み	0.26	0.26	0.24	0.25	0.27	0.12	0.05
テープHc	2580	2810	2940	2660	2450	2820	2830
テープSQ	0.8	0.82	0.84	0.81	0.81	0.81	0.8
テープSFD	0.36	0.34	0.32	0.35	0.35	0.35	0.36
テープRa nm	2.9	2.6	2.6	2.5	2.7	2.8	2.4
RF出力	1.1	1.7	1.8	1.2	1	1.9	1
BER	5×10^{-5}	2×10^{-5}	1×10^{-5}	3×10^{-5}	8×10^{-4}	4×10^{-5}	5×10^{-5}
スチル	160	120	120	160	180	100	70

【0064】

【表4】

(角型比0.74~0.77の実験)

	実施例8	実施例9	実施例10	実施例11
磁性体	A	B	C	D
上層厚み	0.24	0.25	0.26	0.24
テープHc	2540	2770	2860	2620
テープ SQ	0.75	0.77	0.74	0.76
テープ SFD	0.4	0.37	0.4	0.4
テープ Ra nm	2.8	2.9	2.6	2.6
RF出力	0.6	1.2	1.1	0.9
BER	3×10^{-5}	4×10^{-5}	5×10^{-5}	3×10^{-5}
スチル	210	220	240	240

【0065】

【表5】

(角型比0.7以下の実験)

	比較例6	比較例7
磁性体	C	D
上層厚み	0.25	0.25
テープHc	2717	2543
テープ SQ	0.61	0.68
テープ SFD	0.46	0.45
テープ Ra nm	2.5	2.6
RF出力	-0.1	-0.5
BER	7×10^{-4}	2×10^{-4}
スチル	210	240

【0066】

【表 6】

(ウレタンの比較実験)

	比較例8	比較例9
磁性体	A	A
上層厚み	0.25	0.26
テープHc	2500	2460
テープ SQ	0.85	0.83
テープ SFD	0.41	0.45
R F出力	1.1	1.8
テープ Ra nm	2.1	1.9
BER	2×10^{-4}	4×10^{-5}
スチル	44	23

【0067】

〔ウレタンの比較〕

比較例 8 では、実施例 1 のウレタン樹脂とは構成を替えて、Tg が 64℃ のウレタンを用いた。また、比較例 9 では Tg 39℃ の東洋紡製 UR5500 を用いた。共にスチルが低下した。実施例 1、比較例 8 および比較例 9 における用いたウレタン樹脂の Tg およびスチルの関係をグラフにして図 1 に示した。図 1 から分かるようにスチル目標 60 分を達成するためには、Tg が 70℃ 以上必要である。

【0068】

【発明の効果】

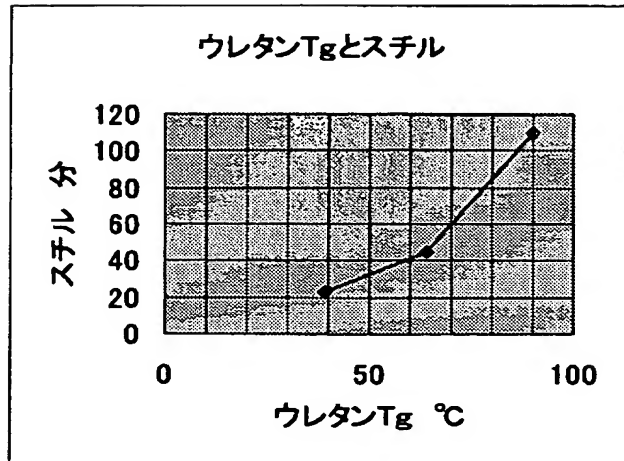
本発明によれば、周波数が 10MHz 以上の記録再生装置において、良好なエラーレートと耐久性を有する磁気記録媒体が提供される。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 実施例 1、比較例 8 および比較例 9 における用いたウレタン樹脂の Tg およびスチルの関係をグラフにした図である。

【書類名】 図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 周波数が10MHz以上の記録再生装置において、良好なエラーレートと耐久性を有する磁気記録媒体を提供すること。

【解決手段】 非磁性支持体上に、下層非磁性層を介して強磁性粉末を結合剤中に分散してなる磁性層を設けた磁気記録媒体において、上記磁性層の抗磁力を2500～3500Oe（197.5～276.5kA/m）とし、かつ長手方向の角形比を0.7～0.85とする。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000005201]

1. 変更年月日	1990年 8月14日
[変更理由]	新規登録
住 所	神奈川県南足柄市中沼210番地
氏 名	富士写真フイルム株式会社